

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 81-172852

(43)Date of publication of application : 04.08.1986

(51)Int.Cl.

C07C 69/36  
C07C 68/06  
// B01J 31/04

(21)Application number : 80-013499

(71)Applicant : DAICEL CHEM IND LTD

(22)Date of filing : 29.01.1985

(72)Inventor : HARANO YOSHIYUKI

## (54) PRODUCTION OF DIPHENYL CARBONATE

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a compound useful as a raw material for synthesizing a polycarbonate in high quality easily without fear of coloring, by reacting a dialkyl carbonate with phenol in the presence of an ester exchange reaction catalyst consisting essentially of ferric acetate.

CONSTITUTION: A dialkyl carbonate shown by the formula  $(R-O)_2-C=O$  (R is 1W10C alkyl) is reacted with phenol in the presence of an ester exchange reaction catalyst consisting essentially of ferric acetate at 100W200° C, preferably at 150W250° C to give the aimed diphenyl carbonate. A molar ratio of the dialkyl carbonate and phenol is preferably 1:1W1:10, and the amount of the catalyst used is 0.001W10mol/l, preferably 0.01W0.1mol/l based on the whole reaction mixture.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]



## (発明の目的)

従って本発明の目的は前述のチタン化合物や錫化合物と同等の反応活性及び選択性を有しかつ最終目的物の着色を起さない触媒を提供する事にある。

## (発明の構成)

即ち本発明は炭酸ジアルキルをフェニルでエステル交換反応する事により、炭酸ジフェニルを製造する方法に於いて酢酸第2鉄を主体とするエステル交換反応触媒を使用する事により副反応をなしに炭酸ジフェニルの製造を容易にならしめる。

本発明の方法に於いて好ましい炭酸ジアルキルは由式に

$(R-O)_2C=O$  (式中 R は C<sub>1</sub> ~ C<sub>4</sub>-アルキル基である) 出  
相当するアルキル基であり、炭酸ジメチル、炭酸ジエチル、炭酸ジプロピル、炭酸ジイソプロピル、炭酸ジブチル、炭酸ジオクタール等である。

や錫化合物を触媒として用いた場合とはほぼ同等の反応活性及び選択性で炭酸ジフェニルを製造する事が出来、かつ錫化合物を触媒として用いた場合に副生する炭酸ジフェニルとはほぼ同じ位の純度を有する不純物の生成が少なくポリカーボネートの原料として優れた品質の炭酸ジフェニルを容易に製造する事が出来る。

## (実施例)

## 実施例 1

25g 炭酸ジブチル、0.1g 酢酸第2鉄、0.1g フェニル 2 mol、炭酸ジメチル 0.1 mol、ベンゼン 50 ml、酢酸第2鉄 0.1 mol を仕込み反応装置を行なった。装置より生成するメタノールとベンゼンをバッチ的に留出しながら時間反応装置を調整した。

この間の蒸留釜の温度は 150℃ ~ 180℃ で操作した。加熱を停止した後生成物中にはメチルフェニルカーボネート 1.5 重量パーセント、炭酸ジフェニル 0.3 重量パーセント、炭酸ジメチル 0.3 重量パーセント

炭酸ジメチルとフェニルの比率は任意の比率で変える事が可能であるが好ましくはモル比で 1 : 1 ~ 1 : 10 で行なり。炭酸ジメチルとフェニルのエステル交換反応は通常平衡反応であり反応をより進行させる目的で生成物の 1 部例えば生成するアルコールを連続的あるいはバッチ的に除去しながら実施する。反応温度は通常 100 ~ 300℃ で好ましくは 150 ~ 250℃ で実施され、仕込原料及びその組成、反応圧力等により決定される。

本発明で使用する酢酸第2鉄を主体とする触媒はその組成等にもよるが通常少量の NO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>O、H<sub>2</sub> 等を含有している。触媒は通常全反応混合物に対し 0.001 ~ 1.0 mol/l、好ましくは 0.01 ~ 0.1 mol/l 添加する。

## (発明の効果)

本発明は炭酸ジアルキルとフェニルのエステル交換反応触媒として酢酸第2鉄を主体とする触媒を用いる事によりチタン化合物

と、炭酸ジフェニルとはほぼ同じ純度を有する不純物 0.1 重量パーセントが含まれていた。

## 比較例 1

触媒としてジメチルアミン 0.025 mol を使用して実施例 1 と同様の反応装置を行なった。加熱停止後の生成物中にはメチルフェニルカーボネート 1.5 重量パーセント、炭酸ジフェニル 0.3 重量パーセント、炭酸ジメチル 0.3 重量パーセント、炭酸ジフェニルとはほぼ同じ純度を有する不純物 0.3 重量パーセントが含まれており実施例 1 と比較し約 0.2 倍の好ましくない不純物が生成している。

## 比較例 2

触媒としてテトラブチルアンモニウム 0.025 mol を使用して実施例 1 と同様の反応装置を行なった。加熱停止後の生成物中にはメチルフェニルカーボネート 1.2 重量パーセント、炭酸ジフェニル 0.3 重量パーセント、炭酸ジメチル 0.3 重量パーセント、炭酸ジ

ーブチル及び重置パーセントが含まれていた。

## 実施例 2

2.0 重量部メチルアルコール、2.0 重量部のフェノール 8 mmol、炭酸ジメチル 2 mmol、酢酸第 2 級 0.02 mmol、ベンゼン 4.0 ml を仕込み反応装置を行なった。装置より生成したメチルアルコールとベンゼンの混合物をバッチ的に蒸留したから 2.4 時間反応装置を実施した。蒸留したベンゼン<sup>（重合後のベンゼン）</sup>1.32 ml をバッチ的に蒸留装置に追加した蒸留装置の温度は 1.05 から 1.07 の間で変化した。加熱停止後装置中ではメチルアルコール、ベンゼン、炭酸第 2 級 0.02 mmol、重置パーセント、炭酸ジメチル 1.05 重量パーセント、炭酸ジメチル 2.1 重量パーセント、炭酸ジメチルとほぼ同様の組成を持つ不凝縮の 1 重量パーセントを含んでいた。

## 実施例 3

2.0 重量部メチルアルコール、2.0 重量部のフェノール 8 mmol、炭酸ジメチル 2 mmol、酢酸第 2 級 0.02 mmol を仕込み反応装置を行なった。

装置より生成したメチルアルコールをバッチ的に蒸留しながら 6 時間反応装置を実施した。この間装置下部の温度は 1.05 から 2.15 の間で変化した。加熱停止後装置中ではメチルアルコール、ベンゼン、炭酸第 2 級 0.02 mmol、重置パーセント、炭酸ジメチル 2.39 重量パーセント、炭酸ジメチル 2.0 重量パーセント、炭酸ジメチルとほぼ同様の組成を持つ不凝縮の 1 重量パーセントが含まれていた。

特許出願人 ダイセル化学工業株式会社

手続補正書（明細）

昭和61年 3月31日

特許庁長官 平 賀 道 雄 殿

## 1 事件の表示

昭和60年特許第13484号

## 2 発明の名称

炭酸ジフェニルの製造方法

## 3 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 大阪府堺市東区町1番地

名 称 (200)ダイセル化学工業株式会社

代表者 久保田 英 文

## 4 補正の請求

明細書の特許請求の範囲の誤及び発明の詳細な説明の誤

## 5 補正の内容

明細書より訂正

「特許請求の範囲」を「一般式  $(R-O)_n-O$  ( $n=0$  (式中  $R$  は  $C_1 \sim C_{10}$  のアルキル基である)) で示される炭酸ジアルキルをフェノールでエステル交換反応することにより炭酸ジフェニルを製造する方法において、酢酸第 2 級を主体とするエステル交換反応触媒を使用すること」を特徴とする炭酸ジフェニルの製造方法。」とする。

発明の詳細な説明の欄の第 1 頁下から 6 行の「 $(R-O)_n-O$  ( $n=0$  (式中  $R$  は  $C_1 \sim C_{10}$  の「を「 $(R-O)_n-O$  ( $n=0$  (式中  $R$  は  $C_1 \sim C_{10}$  の)」に訂正する。

同頁下から 4 行の「アルキル基」を「炭酸ジアルキル」に訂正する。

